



⑯ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑰ Patentschrift
⑯ DE 44 20 516 C 2

⑮ Int. Cl. 6:
C 08 G 63/664

C 08 G 63/20
B 01 F 17/52
A 61 K 47/14
A 61 K 7/00

⑯ Aktenzeichen: P 44 20 516.3-44
⑯ Anmeldetag: 13. 6. 94
⑯ Offenlegungstag: 14. 12. 95
⑯ Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: 22. 10. 98

DE 44 20 516 C 2

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

⑯ Patentinhaber:

Henkel KGaA, 40589 Düsseldorf, DE

⑯ Erfinder:

Ansmann, Achim, Dr., 40699 Erkrath, DE; Kawa,
Rolf, 40789 Monheim, DE; Kries, Rainer von, Dr.,
89257 Illertissen, DE; Strauß, Gabriele, 40589
Düsseldorf, DE

⑯ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
gezogene Druckschriften:

GB 15 24 782
EP 04 43 572 A1
EP 00 00 424 A1

JP-05262638 zit. als Derwent Abstr. AN-93-357129;
JP-59062511 zit. als Derwent Abstr. AN-84-124825;
JP-59193847 zit. als Derwent Abstr. AN 84-309705;

⑯ Polyglycerinpolyhydroxystearate

⑯ Vorgeschlagen werden Polyglycerinpolyhydroxystearate, die man erhält, indem man Polyhydroxystearinsäure mit einem Eigenkondensationsgrad im Bereich von 2 bis 20 mit Polyglycerin in an sich bekannter Weise verestert. Die Stoffe eignen sich als W/O-Emulgatoren für kosmetische bzw. pharmazeutische Zubereitungen.

DE 44 20 516 C 2

DE 44 20 516 C 2

Beschreibung

Gebiet der Erfindung

- 5 Die Erfindung betrifft neue Polyglycerinpolyhydroxystearate, erhältlich durch Veresterung von Polyhydroxystearinsäure mit technischem Polyglycerin einer definierten Zusammensetzung, ein Verfahren zu ihrer Herstellung sowie die Verwendung der neuen Polyglycerinpolyhydroxystearate als W/O-Emulgatoren.

Stand der Technik

- 10 Polyglycerinpolyricinoleate sind seit langem als W/O-Emulgatoren bekannt und können zur Formulierung von niedrigviskosen W/O-Emulsionen eingesetzt werden [vgl. EP-A1 0559013, EP-A1 0440203 und WO 85/04346]. Es zeigt sich jedoch, daß Polyglycerinpolyricinoleate des Marktes nicht mit allen in der Kosmetik üblicherweise eingesetzten Öle Emulsionen bilden, sondern nur mit solchen eines bestimmten Polaritätsbereiches; zudem sind diese Emulsionen nur eingeschränkt lagerstabil. Aus der GB-B 1524782 sind Polyolpolyhydroxystearate bekannt, bei denen sich die Polyolkomponente von Glycol, Glycerin, Trimethylolpropan und Pentaerythrit ableitet. Gegenstand der EP-A1 0000424 sind Emulgatoren mit Esterstruktur, die aus einer polymeren Säure (z. B. Polyhydroxystearinsäure) und einem mehrwertigen Alkohol, wie z. B. Polyethylenglycol, Glycerin, Trimethylolpropan, Pentaerythrit, Sorbitol und dergleichen bestehen. Die Verwendung von (Poly-)Glycerinestern als Emulgatoren für die Herstellung von kosmetischen Zubereitungen wird in den Druckschriften EP-A1 0443572, JP-A Sho 59/062511, JP-A Sho 59/193847 und JP-A Hei 05/262638 beschrieben
- 15 Ein wesentlicher Nachteil besteht vor allem darin, daß die handelsüblichen Produkte nicht in der Lage sind, Emulsionen mit stark polaren Ölen wie beispielsweise Pflanzenölen ausreichend zu stabilisieren. Im Hinblick auf die besondere ökotoxikologische Verträglichkeit derartiger Emulsionen wird jedoch gerade dies im Markt gewünscht. Die Aufgabe der Erfindung hat nun darin bestanden, neue W/O-Emulgatoren zur Verfügung zu stellen, die mit einem breiten Spektrum
- 20 von Ölkörpern lagerstabile Emulsionen ergeben.
- 25

Beschreibung der Erfindung

- 30 Gegenstand der Erfindung sind Polyglycerinpolyhydroxystearate, die man erhält, indem man Polyhydroxystearinsäure mit einem Eigenkondensationsgrad im Bereich von 2 bis 20 mit Polyglycerin in an sich bekannter Weise verestert. Überraschenderweise hat sich gezeigt, daß Kondensationsprodukte von technischem Polyglycerin mit Polyhydroxystearinsäure deutlich bessere Emulgierreigenschaften aufweisen als vergleichbare bekannte Produkte auf Basis von Polyricinolsäure. Insbesondere können auch stark polare Pflanzenöle in stabile Emulsionen eingebracht werden. Die Erfindung schließt ferner die Erkenntnis ein, daß bereits die Zugabe geringer Mengen der erfindungsgemäßen Polyglycerinpolyhydroxystearate zu Polyglycerinpolyricinoleaten deren Emulgierreigenschaften nachhaltig verbessert. Ferner wurde überraschenderweise festgestellt, daß die Kondensationsprodukte auf Basis der 12-Hydroxystearinsäure flüssig sind, obwohl die eingesetzte Säure einen Schmelzpunkt im Bereich von 75°C aufweist. Somit ist neben der klassischen "Heiß-Heiß"-Herstellung auch eine energiesparende "Kalt-Kalt"-Herstellung der Emulsionen problemlos möglich.

40 Herstellverfahren

- Ein weiterer Gegenstand der Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Polyglycerinpolyhydroxystearaten, bei dem man Polyhydroxystearinsäure mit einem Eigenkondensationsgrad im Bereich von 2 bis 20, vorzugsweise 2 bis 10, mit Polyglycerin in an sich bekannter Weise verestert. Als besonders vorteilhaft hat sich die Verwendung von ausgewählten Polyglycerinen erwiesen, die die folgende Homologenverteilung (GC-Methode) aufweisen; in Klammern angegeben sind die bevorzugten Bereiche:
- 45 Glycerin: 5 bis 35 (15 bis 30) Gew.-%
Diglycerine: 15 bis 40 (20 bis 32) Gew.-%
Triglycerine: 10 bis 35 (15 bis 25) Gew.-%
50 Tetraglycerine: 5 bis 20 (8 bis 15) Gew.-%
Pentaglycerine: 2 bis 10 (3 bis 8) Gew.-%
Oligoglycerine: ad 100 Gew.-%

Die Herstellung der Polyolpolyhydroxystearate kann in an sich bekannter Weise erfolgen. Dabei wird vorzugsweise zunächst das Polyglycerin und dann die Polyhydroxystearinsäure hergestellt und schließlich beide verestert. Die Herstellung eines Polyglycerins der oben genannten Zusammensetzung kann durch Eigenkondensation von Glycerin in Gegenwart von geeigneten Katalysatoren wie beispielsweise Kalium-carbonat, Silikaten gemäß DE-A1 40 29 323 oder Boraten gemäß DE-A1 41 17 033 bei Temperaturen im Bereich von 200 bis 260°C durchgeführt werden. Die Herstellung der Polyhydroxystearinsäure erfolgt beispielsweise durch alkalisch katalysierte Polykondensation von Hydroxystearinsäure, vorzugsweise 12-Hydroxystearinsäure, die durch Härtung von Ricinolsäure bzw. technischer Ricinusöl-fettsäure gewonnen wird. Vorzugsweise werden dabei lineare Veresterungsprodukte mit 2 bis 10 und insbesondere 2 bis 8 Fettsäureeinheiten gebildet. Typischerweise wird die folgende Verteilung (GPC-Methode) erreicht:

Monomere: 1 bis 10 Gew.-%
Dimere: 5 bis 15 Gew.-%
Trimere: 5 bis 15 Gew.-%
55 Tetramere: 5 bis 15 Gew.-%
Pentamere: 5 bis 15 Gew.-%
Hexamere: 5 bis 15 Gew.-%
Heptamere: 5 bis 15 Gew.-%

DE 44 20 516 C 2

Octamere: 1 bis 10 Gew.-%
Oligomere: ad 100 Gew.-%

In einer besonderen Ausführungsform der Erfindung werden Gemische von Hydroxystearinsäure und Ricinolsäure bzw. technischer Ricinusölseifensäure, die zu etwa 90 Gew.-% aus Ricinolsäure besteht, im Gewichtsverhältnis 99 : 1 bis 1 : 99 und vorzugsweise 75 : 25 bis 10 : 90 eingesetzt. In gleicher Weise ist es möglich, die Säuren einzeln zu kondensieren und anschließend die Kondensate abzumischen. Bei der nachfolgenden Kondensation des Polyglycerins mit der Polyhydroxystearinsäure bzw. den Gemischen mit Polyricinolsäure, wird eine komplexe Mischung homologer Polyester gebildet. Die Anteile an Mono-, Di-, Tri- und Oligoestern in den erfindungsgemäßen Polyglycerinpolyhydroxystearaten richten sich nach den Einsatzverhältnissen der Ausgangsverbindungen. In einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird ein Polyglycerinpolyhydroxystearat mit besonders vorteilhaften anwendungstechnischen Eigenschaften erhalten, indem man etwa 1000 kg 12-Hydroxystearinsäure solange einer Eigenkondensation unterwirft, bis ein Produkt mit einer Säurezahl im Bereich von 50 bis 55 resultiert und dieses dann mit etwa 150 kg Polyglycerin der oben angegebenen Zusammensetzung weiter verestert, bis die Säurezahl bis auf einen Wert kleiner 2 abgenommen hat. Kondensationsprodukte auf Basis von Polyglycerin und Polyhydroxystearinsäure bzw. Polyhydroxystearinsäure/Polyricinolsäure können über ihre Iodzahl charakterisiert werden. Typische Beispiele sind Polyester mit einer Iodzahl < 10 (Basis 100% 12-Hydroxystearinsäure) bzw. 65 bis 80 (Basis 90% 12-Hydroxystearinsäure, 10% Ricinolsäure).

5

10

15

Kosmetische und pharmazeutische Zubereitungen

Die Polyglycerinpolyhydroxystearate eignen sich alleine oder im Gemisch mit Polyglycerinpolyricinoleaten im Gewichtsverhältnis 99 : 1 bis 1 : 99, vorzugsweise 75 : 25 bis 10 : 90 zur Herstellung von kosmetischen und/oder pharmazeutischen Zubereitungen. Als Hilfs- und Zusatzstoffe können diese Mittel ferner Ölkörper, Co-Emulgatoren, Fette und Wachse, Stabilisatoren, Verdickungsmittel, biogene Wirkstoffe, Filmbildner, Duftstoffe, Perlglanzmittel, Konservierungsmittel, UV-Filter, Pigmente, Elektrolyte (z. B. Magnesiumsulfat) und pH-Regulatoren enthalten.

20

Als Ölkörper kommen beispielsweise Guerbetalkohole auf Basis von Fettalkoholen mit 6 bis 18, vorzugsweise 8 bis 10 Kohlenstoffatomen, Ester von linearen C₆-C₂₀-Fettsäuren mit linearen C₆-C₂₀-Fettalkoholen, Ester von verzweigten C₆-C₁₃-Carbonsäuren mit linearen C₁₆-C₁₈-Fettalkoholen, Ester von linearen C₁₀-C₁₈-Fettsäuren mit verzweigten Alkoholen, insbesondere 2-Ethylhexanol, Ester von linearen und/oder verzweigten Fettsäuren mit zweiseitigen Alkoholen und/oder Guerbetalkoholen, Triglyceride auf Basis C₆-C₁₀-Fettsäuren, pflanzliche Öle, verzweigte primäre Alkohole, substituierte Cyclohexane, Guerbetcarbonate und/oder Dialkylether in Betracht. Von besonderer Bedeutung ist hierbei, daß sich die erfindungsgemäßen Polyglycerinpolyricinoleate zur Bildung von Emulsionen unter Verwendung sowohl von polaren, als auch mittel- oder unpolaren Ölkörpern mit Dipolmomenten in einem Bereich von kleiner 1 bis größer 2,5 Debye eignen.

25

30

Als Co-Emulgatoren können nichtionogene, ampholytische und/ oder zwitterionische grenzflächenaktive Verbindungen verwendet werden, die sich durch eine lipophile, bevorzugt lineare, Alkyl- oder Alkenylgruppe und mindestens eine hydrophile Gruppe auszeichnen. Diese hydrophile Gruppe kann sowohl eine ionogene als auch eine nichtionogene Gruppe sein. Nichtionogene Emulgatoren enthalten als hydrophile Gruppe z. B. eine Polyolgruppe, eine Polyalkylenglycolethergruppe oder eine Kombination aus Polyol- und Polyglycolethergruppe. Bevorzugt sind solche Mittel, die als O/W-Emulgatoren nichtionogene Tenside aus der Gruppe der

35

- (a1) Anlagerungsprodukte von 2 bis 30 Mol Ethylenoxid und/ oder 0 bis 5 Mol Propylenoxid an lineare Fettalkohole mit 8 bis 22 C-Atomen, an Fettsäuren mit 12 bis 22 C-Atomen und an Alkylphenole mit 8 bis 15 C-Atomen in der Alkylgruppe,
- (a2) C₁₂-C₁₈-Fettsäuremono- und -diester von Anlagerungsprodukten von 1 bis 30 Mol Ethylenoxid an Glycerin,
- (a3) Glycerinmono- und -diester und Sorbitanmono- und -diester von gesättigten und ungesättigten C₈-C₁₈-Fettsäuren und deren Ethylenoxidanlagerungsprodukte,
- (a4) C₈-C₁₈-Alkylmono- und -oligoglycoside und deren ethoxylierte Analoga und
- (a5) Anlagerungsprodukte von 15 bis 60 Mol Ethylenoxid an Ricinusöl und/oder gehärtetes Ricinusöl,

40

45

enthalten. Ebenfalls geeignet sind Mischungen von Verbindungen aus mehreren dieser Substanzklassen. Die Anlagerungsprodukte von Ethylenoxid und/oder von Propylenoxid an Fettalkohole, Fettsäuren, Alkylphenole, Glycerinmono- und -diester sowie Sorbitanmono- und -diester von Fettsäuren oder an Ricinusöl bekannt, im Handel erhältliche Produkte dar. Es handelt sich dabei um Homologengemische, deren mittlerer Alkoxylierungsgrad dem Verhältnis der Stoffmengen von Ethylenoxid und/oder Propylenoxid und Substrat, mit denen die Anlagerungsreaktion durchgeführt wird, entspricht. C₁₂-C₁₈-Fettsäuremono- und -diester von Anlagerungsprodukten von Ethylenoxid an Glycerin sind aus DE-PS 20 24 051 als Rückfettungsmittel für kosmetische Zubereitungen bekannt. C₈-C₁₈-Alkylmono- und -oligoglycoside, ihre Herstellung und ihre Verwendung als oberflächenaktive Stoffe sind beispielsweise aus US 3839318, US 3707535, US 3547828, DE-OS 19 43 689, DE-OS 20 36 472 und DE-A1 30 01 064 sowie EP-A 0077167 bekannt. Ihre Herstellung erfolgt insbesondere durch Umsetzung von Glucose oder Oligosacchariden mit primären Alkoholen mit 8 bis 18 Kohlenstoffatomen. Bezüglich des Glycosidrestes gilt, daß sowohl Monoglycoside, bei denen ein cyclischer Zuckerrest glykosidisch an den Fettalkohol gebunden ist, als auch oligomere Glycoside mit einem Oligomerisationsgrad bis vorzugsweise etwa 8 geeignet sind. Der Oligomerisationsgrad ist dabei ein statistischer Mittelwert, dem eine für solche technischen Produkte übliche Homologenverteilung zugrunde liegt. Weiterhin können als Emulgatoren zwitterionische Tenside verwendet werden. Als zwitterionische Tenside werden solche oberflächenaktiven Verbindungen bezeichnet, die im Molekül mindestens eine quartäre Ammoniumgruppe und mindestens eine -COO- oder -SO₃⁻-Gruppe tragen. Besonders geeignete zwitterionische Tenside sind die sogenannten Betaine wie die N-Alkyl-N,N-dimethylammoniumglycinat, beispielsweise das Kokosalkyldimethylammoniumglycinat, N-Acyl-aminopropyl-N,N-dimethylammoniumglycinat, beispielsweise das Kokosacylaminopropyl-dimethylammoniumglycinat, und 2-Alkyl-3-carboxymethyl-

50

55

60

65

DE 44 20 516 C 2

3-hydroxyethyl-imidazoline mit jeweils 8 bis 18 Kohlenstoffatomen in der Alkyl- oder Acylgruppe sowie das Kokosacylaminoethylhydroxyethylcarboxymethylglycinat. Besonders bevorzugt ist das unter der CTFA-Bezeichnung Cocamidopropyl Betaine bekannte Fettsäureamid-Derivat. Ebenfalls geeignete Emulgatoren sind ampholytische Tenside. Unter ampholytischen Tensiden werden solche oberflächenaktiven Verbindungen verstanden, die außer einer C₈-C₁₈-Alkyl- oder -Acylgruppe im Molekül mindestens eine freie Aminogruppe und mindestens eine -COOH- oder -SO₃H-Gruppe enthalten und zur Ausbildung innerer Salze befähigt sind. Beispiele für geeignete ampholytische Tenside sind N-Alkylglycine, N-Alkylpropionsäuren, N-Alkylaminobuttersäuren, N-Alkyliminodipropionsäuren, N-Hydroxyethyl-N-alkylamidopropylglycine, N-Alkyltaurine, N-Alkylsarcosine, 2-Alkylaminopropionsäuren und Alkylaminoessigsäuren mit jeweils etwa 8 bis 18 C-Atomen in der Alkylgruppe. Besonders bevorzugte ampholytische Tenside sind das N-Kokosalkylaminopropionat, das Kokosacylaminoethylaminopropionat und das C₁₂-C₁₈-Acylsarcosin.

Als W/O-Emulgatoren kommen in Betracht:

- (b1) Anlagerungsprodukte von 2 bis 15 Mol Ethylenoxid und Ricinusöl und/oder gehärtetes Ricinusöl;
- (b2) Partialester auf Basis linearer, verzweigter, ungesättigter bzw. gesättigter C₁₂-C₂₂-Fettsäuren, Ricinolsäure sowie 12-Hydroxystearinsäure und Glycerin, Polyglycerin, Pentaerythrit, Dipentaerythrit, Zuckerkohole (z. B. Sorbit) sowie Polyglucoside (z. B. Cellulose);
- (b3) Trialkylphosphate;
- (b4) Wollwachsalkohole;
- (b5) Polysiloxan-Polyalkyl-Polyether-Copolymere bzw. entsprechende Derivate;
- (b6) Mischester aus Pentaerythrit, Fettsäuren, Citronensäure und Fettalkohol gemäß DE-PS 11 65 574 sowie
- (b7) Polyalkyleneyleole.

Weitere Zusatzstoffe

Typische Beispiele für Fette sind Glyceride, als Wachse kommen u. a. Bienenwachs, Paraffinwachs oder Mikrowachse gegebenenfalls in Kombination mit hydrophilen Wachsen wie beispielsweise Fettalkohole, Monoglyceride und Fettsäuren in Frage. Als Stabilisatoren können Metallsalze von Fettsäuren wie z. B. Magnesium-, Aluminium- und/oder Zinkstearat eingesetzt werden. Geeignete Verdickungsmittel sind beispielsweise vernetzte Polyacrylsäuren und deren Derivate, Polysaccharide, insbesondere Xanthan-Gum, Guar-Guar, Agar-Agar, Alginate und Tylosen, Carboxymethylcellulose und Hydroxyethylcellulose, Polyacrylate, Polyvinylalkohol und Polyvinylpyrrolidon. Unter biogenen Wirkstoffen sind beispielsweise Pflanzenextrakte, Eiweißhydrolylate und Vitaminkomplexe zu verstehen. Gebräuchliche Filmbildner sind beispielsweise Hydrocolloide wie Chitosan, mikrokristallines Chitosan oder quaterniertes Chitosan, Polyvinylpyrrolidon, Vinylpyrrolidon-Vinylacetat-Copolymerisate, Polymere der Acrylsäurerreihe, quaternäre Cellulose-Derivate und ähnliche Verbindungen. Als Konservierungsmittel eignen sich beispielsweise Formaldehydlösung, p-Hydroxybenzoat oder Sorbinsäure. Als Perlglanzmittel kommen beispielsweise Glycoldistearinsäureester wie Ethylenglycoldistearat, aber auch Fettsäuren und Fettsäuremonoglycolester in Betracht. Als Farbstoffe können die für kosmetische Zwecke geeigneten und zugelassenen Substanzen verwendet werden, wie sie beispielsweise in der Publikation "Kosmetische Färbemittel" der Farbstoffkommission der Deutschen Forschungsgemeinschaft, veröffentlicht im Verlag Chemie, Weinheim, 1984, zusammengestellt sind. Diese Farbstoffe werden üblicherweise in Konzentrationen von 0,001 bis 0,1 Gew.-%, bezogen auf die gesamte Mischung, eingesetzt. Der Gesamtanteil der Hilfs- und Zusatzstoffe kann 0,01 bis 80, vorzugsweise 0,05 bis 40 Gew.-% und der nicht wäßrige Anteil ("Aktivsubstanz") 20 bis 80, vorzugsweise 30 bis 70 Gew.-% – bezogen auf die Mittel – betragen. Die Herstellung der Mittel kann in an sich bekannter Weise, d. h. beispielsweise durch Heiß-, Kalt-, Heiß-Heiß/Kalt- bzw. PIT-Emulgierung erfolgen. Hierbei handelt es sich um ein rein mechanisches Verfahren, eine chemische Reaktion findet nicht statt.

Gewerbliche Anwendbarkeit

Die erfundungsgemäßen Polyolpolyhydroxystearate zeichnen sich durch ein verbessertes Emulgiervermögen aus. Die resultierenden Emulsionen besitzen eine gegenüber den Produkten des Standes der Technik höhere Lager- und insbesondere Wärmestabilität. Ein weiterer Gegenstand der Erfindung betrifft daher die Verwendung der erfundungsgemäßen Polyglycerinpolyhydroxystearate, gegebenenfalls in Abmischung mit Polyglycerinpolycricoleaten, als W/O-Emulgatoren für kosmetische und/oder pharmazeutische Zubereitungen wie z. B. Hautcremes, Körperlotionen, Sonnenschutzmittel und dergleichen, in denen sie in Konzentrationen von 1 bis 20, vorzugsweise 2 bis 10 Gew.-% – bezogen auf die Mittel – enthalten sein können.

Viskosität und Stabilität

Die Eigenschaften der erfundungsgemäßen Emulgatoren sowie der Vergleichsprodukte wurden in verschiedenen W/O-Emulsionen gemäß Tabelle 1 getestet. Die Zusammensetzung der Polyglycerinkomponenten betrug 20 Gew.-% Glycerin, 30 Gew.-% Diglycerine, 20 Gew.-% Triglycerine, 15 Gew.-% Tetraglycerine, 5 Gew.-% Pentaglycerine und 10 Gew.-% Oligoglycerine. Die Zusammensetzung der Polyhydroxyfettsäure betrug 5 Gew.-% Monomere, jeweils 10 Gew.-% Dimere bis Heptamere, 6 Gew.-% Octamere und ad 100 Gew.-% Oligomere. Die Beispiele 1 bis 3 sind erfundungsgemäß, die Beispiele V1 und V2 dienen zum Vergleich. Die Viskosität der Produkte wurde nach Lagerung (1 Tag, 1 Woche bzw. 4 Wochen) nach Brookfield, RVF, 23°C, Spindel 5, 10 UpM bestimmt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 zusammengestellt.

DE 44 20 516 C 2

Tabelle 1

Viskosität und anwendungstechnische Ergebnisse

Zusammensetzung / Performance	1	2	3***	V1	V2**
Polyglycerinpolyester*, IZ = 75	7,0	-	-	-	-
Polyglycerinpolyester**, IZ = 75	-	7,0	-	-	-
Polyglycerinpoly-12-hydroxystearat	-	-	7,0	-	-
Polyglycerinpolyricinoleat, IZ = 85	-	-	-	7,0	-
Glycerinpoly-12-hydroxystearat					7,0
Mandelöl	20,0	20,0	20,0	20,0	20,0
Glycerin, 86 Gew.-%ig	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
Magnesiumsulfat-7-Hydrat	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Formaldehyd	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Wasser			ad 100		
Viskosität [mPas]					
- nach 1 Tag	20.000	19.600	15.200	-	-
- nach 1 Woche	20.800	20.800	14.000	-	-
- nach 4 Wochen	15.200	14.000	14.000	-	-
Stabilität					
- nach 1 Woche	stabil	stabil	stabil	2phasig	2phasig
- nach Wochen	stabil	stabil	stabil	2phasig	2phasig

* Feftsäurebasis : Ricinolsäure/12-Hydroxystearinsäure (9 : 1 Gewichtsteile)

**) Mischung Polyglycerinpolyricinoleat/Polyglycerin-12-hydroxystearinsäure (9 : 1 Gewichtsteile)

***) nachgereicht am 24. August 1995

5
10
15
20
25
30
35

40

Formulierungsbeispiele

In Tabelle 2 sind Formulierungsbeispiele für eine kosmetische Hautlotion (4) sowie für ein Nährcreme (5) angegeben.
Die Viskositäten der beiden Produkte wurden mit einem Brookfield RVF-Viskosimeter bei 23°C bestimmt. Für das Produkt (4) wurde Spindel 5 (10 UpM) und für Produkt (5) Spindel E (4 UpM, mit Helipath) verwendet.

45

50

55

60

65

DE 44 20 516 C 2

Tabelle 2

Formulierungsbeispiele (Mengenangaben als Gew.-%)

Zusammensetzung (INCI-Nomenklatur)	4	5
Polyglycerinpoly-12-hydroxystearat	3,0	4,0
Glyceryl Oleate	1,0	-
Polyglycerol Isostearate	-	4,0
Beeswax	1,0	3,0
Dicaprylyl Ether	5,0	-
Lauryl Caprate	6,0	-
Jojoba Oil	12,0	-
Almond Oil	-	20,0
Glycerol	5,0	5,0
Magnesium Sulfate	1,0	1,0
Formalin	0,15	0,15
Wasser	ad 100	
Viskosität [mPas]	7.000	700.000

Patentansprüche

1. Polyglycerinpolyhydroxystearate, dadurch erhältlich, daß man Polyhydroxystearinsäure mit einem Eigenkondensationsgrad im Bereich von 2 bis 20 mit Polyglycerin in an sich bekannter Weise verestert.
2. Verfahren zur Herstellung von Polyglycerinpolyhydroxystearaten, bei dem man Polyhydroxystearinsäure mit einem Eigenkondensationsgrad im Bereich von 2 bis 20 mit Polyglycerin in an sich bekannter Weise verestert.
3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß man Polyglycerine der Zusammensetzung Glycerin: 5 bis 30 Gew.-%
 Diglycerine: 15 bis 40 Gew.-%
 Triglycerine: 10 bis 30 Gew.-%
 Tetraglycerine: 5 bis 20 Gew.-%
 Pentaglycerine: 2 bis 10 Gew.-%
 Oligoglycerine: ad 100 Gew.-% einsetzt.
4. Verwendung von Polyglycerinpolyhydroxystearaten als W/O-Emulgatoren für kosmetische und/oder pharmazeutische Zubereitungen.

50

55

60

65